

51)Int.Cl. H05B 33/14
C09K 11/06
H05B 33/22
// C07F 7/08
C07F 7/10

21)Application number : 2002-265416

(71)Applicant : KONICA MINOLTA HOLDINGS INC

22)Date of filing : 11.09.2002

(72)Inventor : KITA HIROSHI
SUZURISATO YOSHIYUKI
YAMADA TAKETOSHI
KARATSU TAKASHI
KITAMURA AKIHIDE

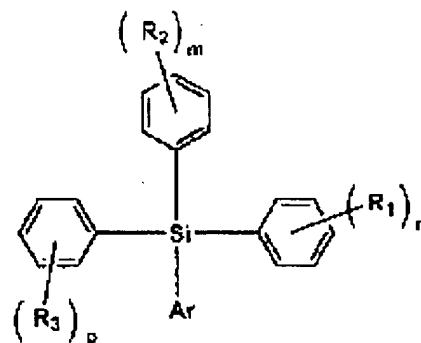
54) ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT AND DISPLAY DEVICE USING THE SAME

57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an organic electroluminescent element which makes an enhanced luminous brightness and good durability compatible and a display device having a long lifetime and a high luminous brightness by using a silicon compound of a specific structure as a host compound for phosphorescence or using the silicon compound as an electron transport material (hole blocker).

SOLUTION: The organic electroluminescent element contains at least one of the compounds expressed by Formula (1) given in Synopsis 1.

一般式(1)



JP 2004-103463 A 2004.4.2

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-103463

(P2004-103463A)

(43) 公開日 平成16年4月2日(2004.4.2)

(51) Int. Cl.⁷

F I

テーマコード (参考)

H05B 33/14

H05B 33/14 B

3K007

C09K 11/06

C09K 11/06 660

4H049

H05B 33/22

C09K 11/06 680

// C07F 7/08

C09K 11/06 690

C07F 7/10

H05B 33/22 B

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2002-285418 (P2002-285418)

(71) 出願人 000001270

(22) 出願日

平成14年9月11日(2002.9.11)

コニカミノルタホールディングス株式会社
東京都千代田区丸の内一丁目6番1号

(72) 発明者 北 弘志

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社
社内

(72) 発明者 磯里 善寿

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社
社内

(72) 発明者 山田 岳俊

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社
社内

(72) 発明者 席渚 孝

千葉県千葉市稲毛区天台3丁目8番3号

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子及びそれを用いた表示装置

(57) 【要約】

【課題】 本発明の目的は、特定構造のケイ素化合物を用いて、素子の発光輝度の向上及び耐久性の両立を目的になされたものであり、また、本発明は、ケイ素化合物を発光発光用のホスト化合物として用いること、またはケイ素化合物を電子輸送材料（ホールブロッカー）として用いることにより、発光輝度の向上及び耐久性の両立を達成した有機エレクトロルミネッセンス素子及び本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子を用いた発光輝度の高い、長寿命な表示装置を提供することにある。

【解決手段】 下記一般式（1）で表される化合物の少なくとも1種を含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化1】

10

(2)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

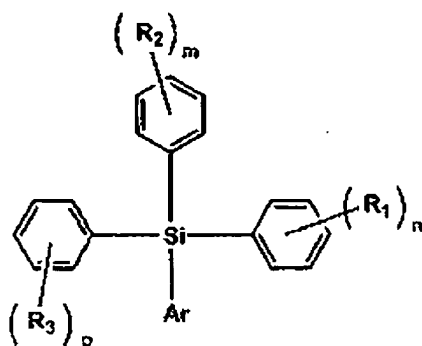
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (1) で表される化合物の少なくとも 1 種を含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化 1】

一般式(1)



10

20

(式中、 $R_1 \sim R_3$ はそれぞれ独立にアルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、またはハロゲン原子を表し、 n は 0～5 の整数を表し、 m は 0～5 の整数を表し、 p は 0～5 の整数を表し、Ar は縮合芳香族基を表す。

n が複数でかつ複数の R_1 が隣接する場合は、互いに縮合して環を形成してもよく、 m が複数でかつ複数の R_2 が隣接する場合は、互いに縮合して環を形成してもよく、 p が複数でかつ複数の R_3 が隣接する場合は、互いに縮合して環を形成してもよい。)

【請求項 2】

前記一般式 (1) で表される化合物を、発光層に含有することを特徴とする請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

30

【請求項 3】

前記一般式 (1) で表される化合物を、電子輸送層に含有することを特徴とする請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 4】

ホスト化合物及び燐光性化合物を含有する発光層を有する有機エレクトロルミネッセンス素子であって、該素子を構成する何れかの層に前記一般式 (1) で表される化合物を含有することを特徴とする請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 5】

前記燐光性化合物が、イリジウム化合物、オスミウム化合物、または白金化合物であることを特徴とする請求項 4 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

40

【請求項 6】

前記燐光性化合物が、イリジウム化合物であることを特徴とする請求項 4 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 7】

請求項 1～6 の何れか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子を有する表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機エレクトロルミネッセンス (以下、有機 EL と略記する) 素子及びそれ

50

(3)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

を用いた表示装置に関するものである。詳しくいえば、本発明は発光輝度に優れた有機エレクトロルミネッセンス素子及び本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子を有する表示装置である。

【0002】

【従来の技術】

発光型の電子ディスプレイデバイスとして、エレクトロルミネッセンスディスプレイ（ELD）がある。ELDの構成要素としては、無機エレクトロルミネッセンス素子や有機エレクトロルミネッセンス素子が挙げられる。無機エレクトロルミネッセンス素子は平面型光源として使用されてきたが、発光素子を駆動させるためには交流の高電圧が必要である。有機エレクトロルミネッセンス素子は、発光する化合物を含有する発光層を、陰極と陽極で挟んだ構成を有し、発光層に電子及び正孔を注入して、再結合させることにより励起子（エキシトン）を生成させ、このエキシトンが失活する際の光の放出（蛍光・燐光）を利用して発光する素子であり、数V～数十V程度の電圧で発光が可能であり、さらに、自己発光型であるために視野角に富み、視認性が高く、薄膜型の完全固体素子であるために省スペース、携帯性等の観点から注目されている。

【0003】

しかしながら、今後の実用化に向けた有機EL素子には、更なる低消費電力で効率よく高輝度に発光する有機EL素子の開発が望まれている。

【0004】

これまで、様々な有機EL素子が報告されている。たとえば、Appl. Phys. Lett., Vol. 51, 913頁、あるいは特開昭59-194393号に記載の正孔注入層と有機発光体層とを組み合わせたもの、特開昭63-295695号に記載の正孔注入層と電子注入輸送層とを組み合わせたもの、Jpn. Journal of Applied Physics, vol. 127, No. 2第269～271頁に記載の正孔移動層と発光層と電子移動層とを組み合わせたものがそれぞれ開示されている。しかしながら、より高輝度な素子が求められており、エネルギー変換効率、発光量子効率の更なる向上が期待されている。

【0005】

また、発光寿命が短いという問題点も指摘されている。こうした経時での輝度劣化の要因は完全には解明されていないが、発光中のエレクトロルミネッセンス素子は自ら発する光及びその時に発生する熱などによって薄膜を構成する有機化合物自体の分解、薄膜中での有機化合物の結晶化等、有機EL素子材料である有機化合物に由来する要因も指摘されている。

【0006】

また、電子輸送材料は、現在のところ知見が少なく、反結合軌道を利用することも相俟って、実用に耐える有用な高性能電子輸送材料は見いだされていない。例えば、九州大学の研究グループは、オキサジアゾール系誘導体である2-(4-ビフェニル)-5-(4-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジゾール(t-BuPBD)をはじめ、薄膜安定性を向上させたオキサジアゾール二量体系誘導体の1,3-ビス(4-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジゾル(ビフェニレン(OXD-1))、1,3-ビス(4-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジゾル(フェニレン(OXD-7)) (Jpn. J. Appl. Phys. vol. 31(1992), p. 1812)を提案している。また、山形大学の研究グループは、電子ブロック性に優れたトリアゾール系電子輸送材料を用いることにより白色発光の素子を作製している (Science, 3 March 1995, Vol. 267, p. 1332)。さらに、特開平5-331459号には、フェナントロリン誘導体が電子輸送材料として有用であることが記載されている。

【0007】

しかし、従来の電子輸送材料では、薄膜形成能が低く、容易に結晶化が起こるため、発光素子が破壊されてしまう問題があり、実用に耐える素子性能を発現できなかった。

【0008】

これらの問題を解決する有機エレクトロルミネッセンス材料として、分子内にケイ素原子を含む化合物を発光材料、または電子輸送材料として用いる例が開示されているが、発光効率及び発光寿命の両立については十分ではなかった（例えば、特許文献1、2及び3参照。）。

【0009】

この他にもケイ素系の化合物を有機EL素子に適用する例としては、例えば特開2000-351966号、特開平11-3781号には、正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料として適用できることが示されているが、何れの場合も発光特性や寿命の点で問題があった。

【0010】

また、発光層をホスト化合物及び微量の蛍光体で構成することにより、発光効率の向上を達成するという手法が報告されている。例えば、米国特許第3,093,796号では、スチルベン誘導体、ジスチルルアリーレン誘導体、またはトリススチルルアリーレン誘導体に、微量の蛍光体をドーブし、発光輝度の向上、素子の長寿命化を達成している。

【0011】

また、8-ヒドロキシキノリンアルミニウム錯体をホスト化合物として、これに微量の蛍光体をドーブした有機発光層を有する素子（例えば、特許文献4参照。）、8-ヒドロキシキノリンアルミニウム錯体をホスト化合物として、これにキナクリドン系色素をドーブした有機発光層を有する素子（例えば、特許文献5参照。）が知られている。以上のように、蛍光量子収率の高い蛍光体をドーブすることによって、従来の素子に比べて発光輝度を向上させている。

【0012】

しかし、上記のドーブされる微量の蛍光体からの発光は、励起一重項からの発光であり、励起一重項からの発光を用いる場合、一重項励起子と三重項励起子の生成比が1:3であるため、発光性励起種の生成確率が25%であることと、光の取り出し効率が約20%であるため、外部取り出し量子効率（ η_{ext} ）の限界は5%とされている。ところが、プリンストン大から励起三重項からの燐光発光を用いる有機EL素子が報告がされて以来（M. A. Baldo et al., nature, 395巻、151~154ページ（1998年））、室温で燐光を示す材料の研究が活発になってきている（例えば、M. A. Baldo et al., nature, 403巻、17号、750~753ページ（2000年）、米国特許6,097,147号など）。励起三重項を使用すると、内部量子効率の上限が100%となるため、励起一重項の場合に比べて原理的に発光効率が最大4倍となり、冷陰極管とほぼ同等の性能が得られ、照明用にも応用可能であり注目されている。

【0013】

燐光性化合物をドーパントとして用いるときのホストは、燐光性化合物の発光極大波長よりも短波な領域に発光極大波長を有することが必要であることはもちろんであるが、その他にも満たすべき条件があることが分かってきた。

【0014】

The 10th International Workshop on Inorganic and Organic Electroluminescence (EL '00、浜松)では、燐光性化合物についていくつかの報告がなされている。例えば、Ikaiらはホール輸送性の化合物を、燐光性化合物のホストとして用いている。また、M. E. Thompsonらは、各種電子輸送性材料を燐光性化合物のホストとして、これらに新規なイリジウム錯体をドーブして用いている。さらに、Tsutsuiらは、ホールブロック層の導入により高い発光効率を得ている。

【0015】

なお、ホールブロック層とは、通常の有機EL素子で使われている電子輸送層と構成的には同じものであるが、その機能が電子輸送機能よりも発光層から陰極側に漏れ出すホールの移動を阻止する機能が有力であるために、ホールブロック層と名付けられているもので

(5)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

あり、一種の電子輸送層と解釈することもできる。

【0016】

従って本願においてはホールブロック層も電子輸送層と称することとし、その層で用いられる材料（ホールブロッカー）も電子輸送材料と称す。

【0017】

燐光性化合物のホスト化合物については、例えば、C. Adachi et al., Appl. Phys. Lett., 77巻、904ページ（2000年）等に詳しく記載されているが、高輝度の有機エレクトロルミネッセンス素子を得るためにホスト化合物に必要とされる性質について、より新しい観点からのアプローチが必要である。

【0018】

しかし、いずれの報告も、素子の発光輝度の向上及び耐久性を両立しうる構成は得られていない。

10

【0019】

【特許文献1】

特開平9-87616号公報

【0020】

【特許文献2】

特開平9-194487号公報

【0021】

【特許文献3】

特開2000-186094号公報

20

【0022】

【特許文献4】

特開昭63-264692号公報

【0023】

【特許文献5】

特開平3-255190号公報

【0024】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明は、特定構造のケイ素化合物を用いて、素子の発光輝度の向上及び耐久性の両立を目的になされたものであり、また、本発明は、ケイ素化合物を燐光発光用のホスト化合物として用いること、またはケイ素化合物を電子輸送材料（ホールブロッカー）として用いることにより、発光輝度の向上及び耐久性の両立を達成した有機エレクトロルミネッセンス素子及び本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子を用いた発光輝度の高い、長寿命な表示装置を提供するものである。

30

【0025】

【課題を解決するための手段】

本発明の目的は、以下に示す特許請求の範囲の各請求項に記載の発明より達成される。

【0026】

1. 前記一般式(1)で表される化合物の少なくとも1種を含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

40

【0027】

2. 前記一般式(1)で表される化合物を、発光層に含有することを特徴とする前記1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0028】

3. 前記一般式(1)で表される化合物を、電子輸送層に含有することを特徴とする前記1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0029】

4. ホスト化合物及び燐光性化合物を含有する発光層を有する有機エレクトロルミネッセンス素子であって、該素子を構成する何れかの層に前記一般式(1)で表される化合物を

50

(5)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

含有することを特徴とする前記1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0030】

5. 前記発光性化合物が、イリジウム化合物、オスmium化合物、または白金化合物であることを特徴とする前記4項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0031】

6. 前記発光性化合物が、イリジウム化合物であることを特徴とする前記4項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0032】

7. 前記1～6項の何れか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子を有する表示装置。

10

【0033】

以下に本発明を詳細に説明する。

まず、一般式(1)で表される化合物について説明する。

【0034】

一般式(1)において、 $R_1 \sim R_3$ で表される置換基としては、各々、アルキル基(メチル基、エチル基、 i -プロピル基、ヒドロキシエチル基、メトキシメチル基、トリフルオロメチル基、 t -ブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、ベンジル基等)、アルキルオキシ基(メトキシ基、エトキシ基、 i -プロポキシ基、ブトキシ基等)、アリーロキシ基(フェノキシ基等)、ハロゲン原子(フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等)を示し、また、隣接する置換基同士は互いに縮合し環を形成しても良い。

20

【0035】

一般式(1)においてArは縮合芳香族基を表わすが、この場合の縮合芳香族基としては、炭化水素環系芳香族基でも複素環系芳香族基でもよく、例えば、ナフチル基、フェナンスリル基、アントリル基、ピレニル基、キノリル基、カルバゾリル基、ベンズイミダゾリル基、ピロロピラゾリル基、イミダゾピリジル基、ピラゾロトリアゾリル基等がその代表例として挙げられる。

【0036】

本発明の化合物は、固体状態において強い蛍光を持つ化合物であり、電場発光性にも優れており、発光材料として有効に使用できる。また、金属電極からの優れた電子注入性及び電子輸送性に非常に優れているため、他の発光材料、または本発明の化合物を発光材料として用いた素子において、本発明の化合物を電子輸送材料(またはホールブロッカー)として使用した場合、優れた発光効率を示す。

30

【0037】

以下に具体的な化合物の例を挙げるが、本発明は、これらに限定されるものではない。

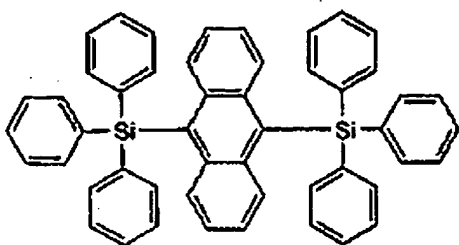
【0038】

【化2】

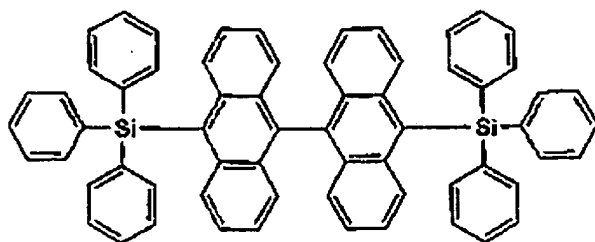
(7)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

1

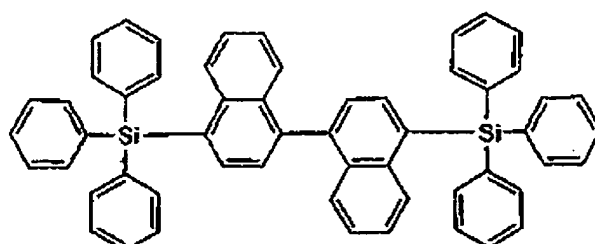


2



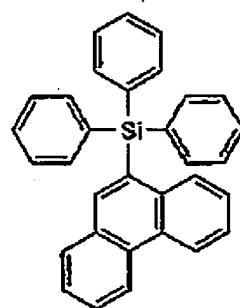
10

3

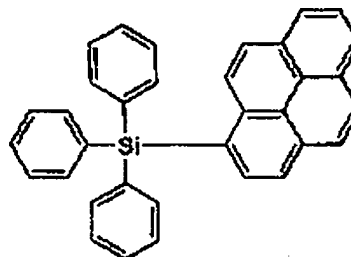


20

4

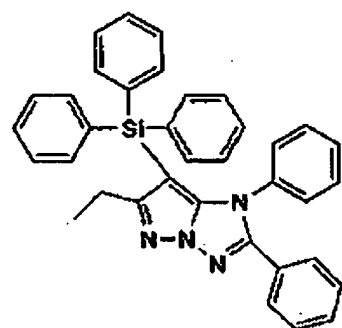


5



30

6



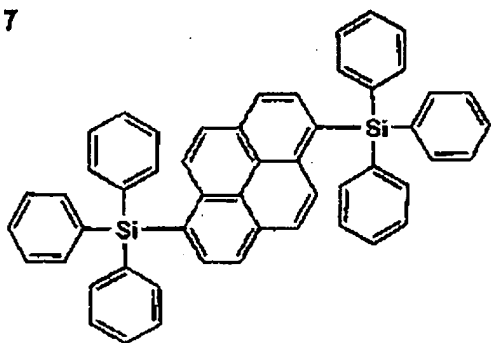
40

[0039]
[化3]

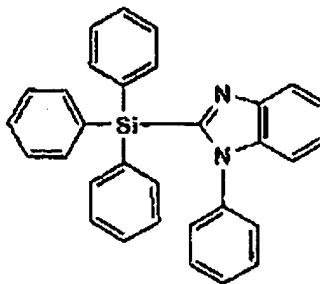
(8)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

7

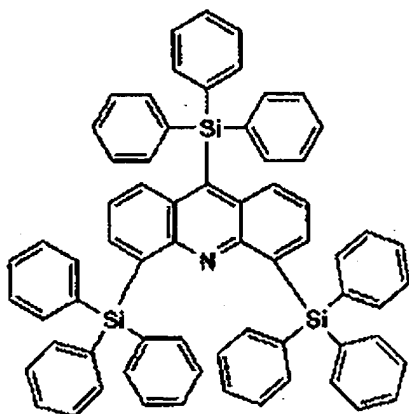


8

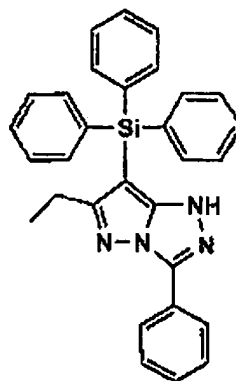


10

9

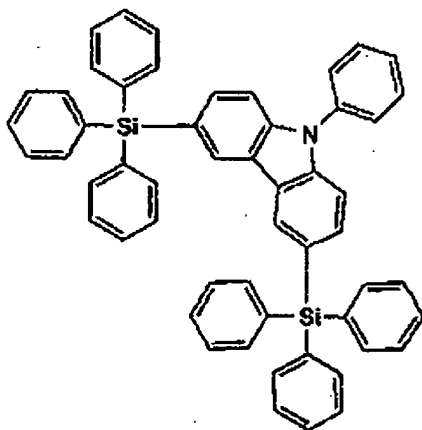


10



20

11



30

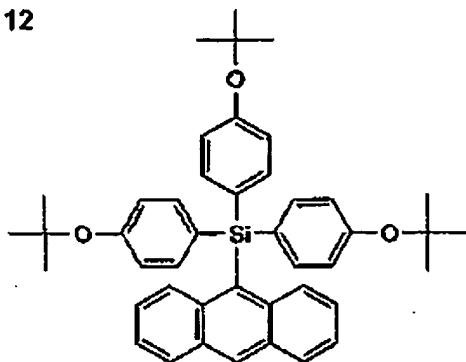
【0040】
【化4】

40

(9)

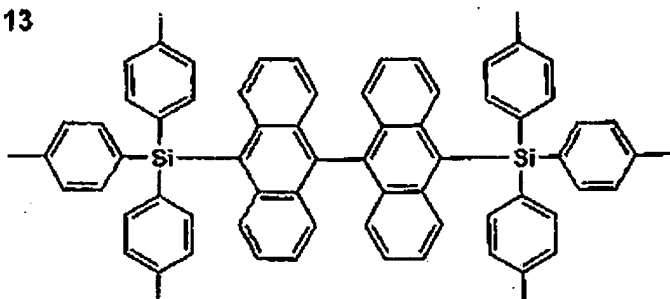
JP 2004-103463 A 2004.4.2

12



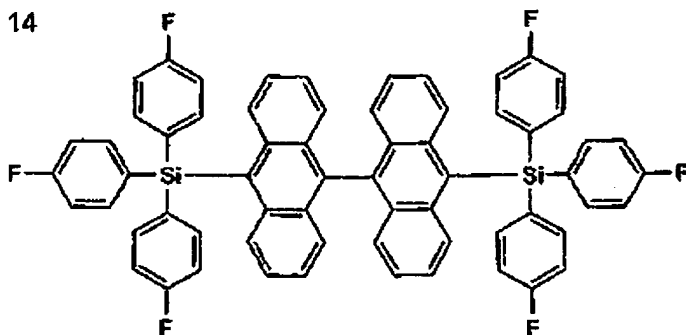
10

13



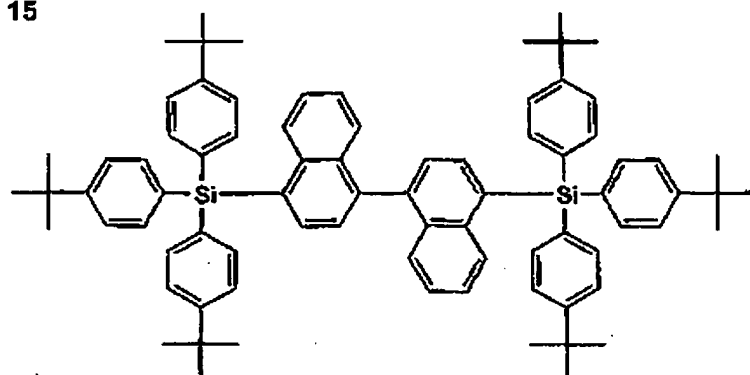
20

14



30

15



40

【0041】

合成例 化合物1 (9, 10-ジ(トリフェニルシリル)アントラセン) の合成
以下の反応は乾燥窒素ガス雰囲気下で行った。

【0042】

三口フラスコに9, 10-ジブロモアントラセン 3.36 g (10 mmol)、テトラメ 50

(10)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

チルエチレンジアミン4.52 ml (30 mmol)、脱水エーテル32 ml、脱水テトラヒドロフラン100 mlを入れ、撹拌しながら-55~-50℃に保った。N-ブチルリチウムヘキサン溶液(1.6 M)15.5 ml (25 mmol)をシリンジで加えた。濃赤色の反応溶液を同温度で1時間撹拌の後、10 mlの脱水テトラヒドロフランに溶かしたトリフェニルクロロシラン8.82 g (30 mmol)を滴下した。徐々に昇温し、室温でさらに12時間撹拌した。蒸留水を加えて反応を止めた後、蒸留水で洗浄、有機層を無水炭酸カリウムで乾燥し、濾液をロータリーエバポレーターで濃縮、減圧乾燥した。

【0043】

シリカゲルカラムクロマトグラフィー(ヘキサン:クロロホルム=1:2)でR_f値約0.25の成分を分離し、ヘキサンで繰り返し再結晶した。

19

【0044】

収量1.74 g (約25%)

¹H-NMR (CDCl₃, TMS) δ 6.78 (d, J=7.01, 2H, ArH), 6.79 (d, J=6.77, 2H, ArH), 7.24~7.41 (m, 12H, PhH), 7.63~7.66 (m, 18H, PhH), 8.04 (d, J=7.01, 2H, ArH), 8.05 (d, J=6.77, 2H, ArH)

また、本発明者等は、燐光性化合物のホスト化合物について鋭意検討を重ねた結果、本発明のケイ素化合物をホスト化合物として用いて、有機エレクトロルミネッセンス素子を作製した場合に、素子の発光輝度及び寿命が改善されることを見出した。

【0045】

20

本発明でいうホスト化合物とは、2種以上の化合物で構成される発光層中において、混合比(質量)の最も多い化合物であり、それ以外の化合物はドーパント化合物という。例えば、発光層を化合物A、化合物Bという2種で構成しその混合比がA:B=10:90であれば化合物Aがドーパント化合物であり、化合物Bがホスト化合物である。更に、発光層を化合物A、化合物B、化合物Cの3種から構成し、その混合比がA:B:C=5:10:85であれば、化合物A、化合物Bがドーパント化合物であり、化合物Cがホスト化合物である。本発明における燐光性化合物は、ドーパント化合物の一種である。

【0046】

本発明に係わる燐光性化合物とは励起三重項からの発光が観測される化合物であり、燐光量子収率が、25℃において0.001以上の化合物である。好ましくは0.01以上である。更に好ましくは0.1以上である。

39

【0047】

上記燐光量子収率は、第4版実験化学講座7の分光Iの398ページ(1992年版、丸善)に記載の方法により測定できる。溶液中での燐光量子収率は種々の溶媒を用いて測定できるが、本発明に用いられる燐光性化合物とは、任意の溶媒のいずれかにおいて上記燐光量子収率が達成されれば良い。

【0048】

好ましくは、元素の周期律表でVII族の金属を含有する錯体系化合物であり、さらに好ましくは、イリジウム、オウミウム、または白金錯体系化合物である。より好ましくはイリジウム錯体系化合物である。

40

【0049】

以下に、本発明で用いられる燐光性化合物の具体例を示すが、これらに限定されるものではない。これらの化合物は、例えば、Inorg. Chem. 40巻、1704~1711に記載の方法等により合成できる。

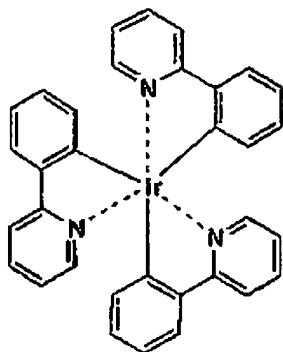
【0050】

【化5】

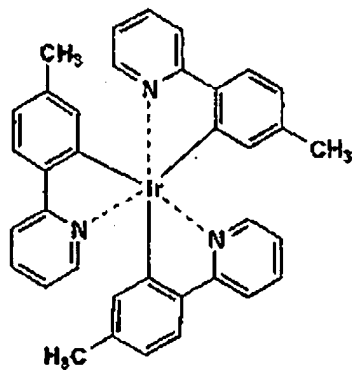
(11)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

Ir-1

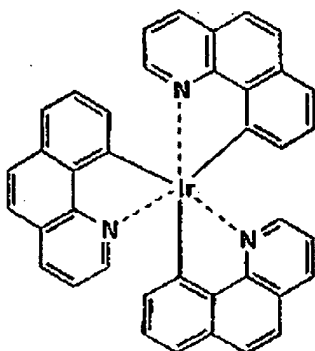


Ir-2

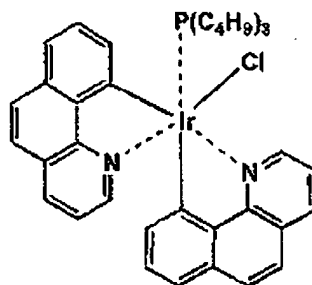


10

Ir-3

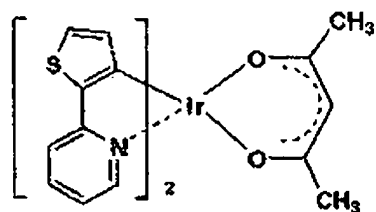


Ir-4

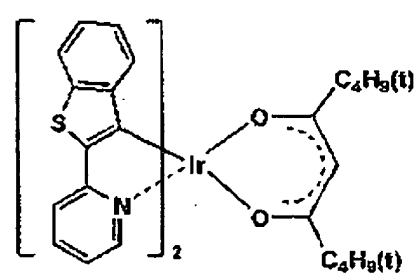


20

Ir-5



Ir-6



30

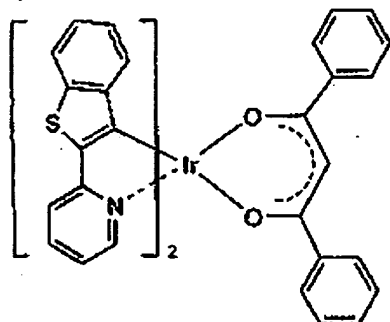
40

[0051]
[化6]

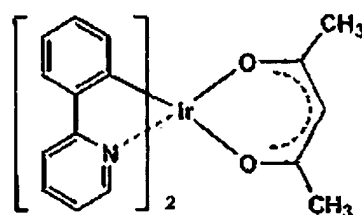
(12)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

Ir-7

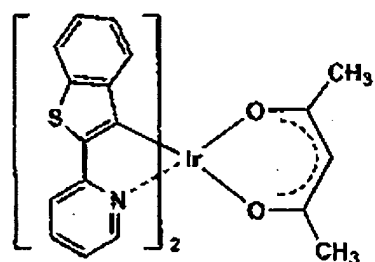


Ir-8

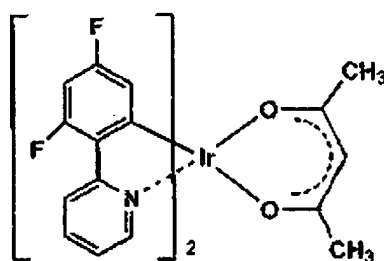


10

Ir-9

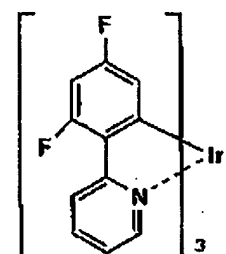


Ir-10

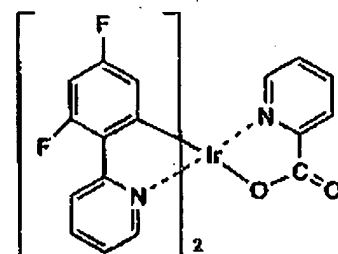


20

Ir-11

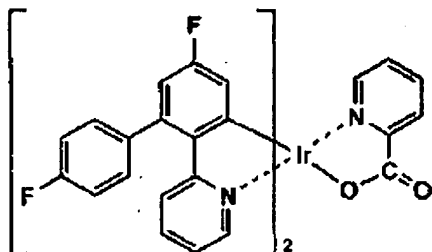


Ir-12



30

Ir-13



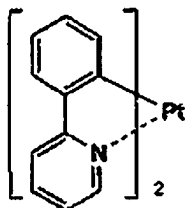
40

[0 0 5 2]
[1 1 7]

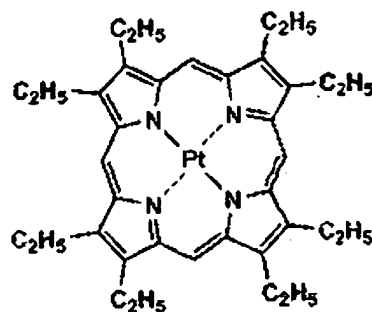
(13)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

Pt-1

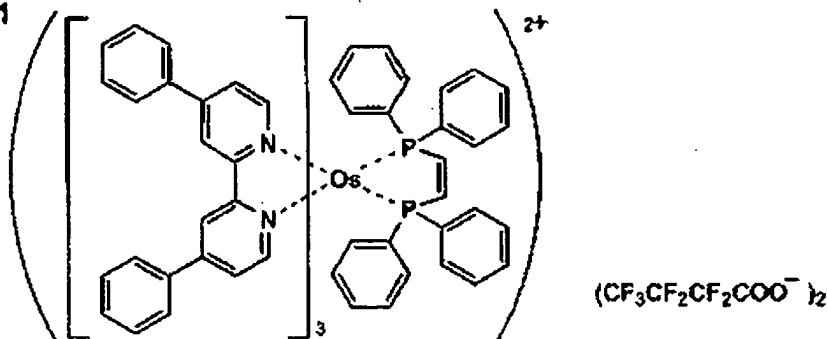


Pt-2



10

A-1



20

【0053】

また、別の形態では、ホスト化合物と燐光性化合物の他に、燐光性化合物からの発光の極大波長よりも長波な領域に、蛍光極大波長を有する蛍光性化合物を少なくとも1種含有する場合もある。この場合、ホスト化合物と燐光性化合物からのエネルギー移動で、有機EL素子としての電界発光は蛍光性化合物からの発光が得られる。蛍光性化合物として好ましいのは、溶液状態で蛍光量子収率が高いものである。ここで、蛍光量子収率は0.1以上、特に0.3以上が好ましい。具体的には、クマリン系色素、ピラン系色素、シアニン系色素、クロコニウム系色素、スクアリウム系色素、オキソベンツアントラセン系色素、フルオレセイン系色素、ローダミン系色素、ビリリウム系色素、ペリレン系色素、スチルベン系色素、ポリチオフェン系色素、または、希土類錯体系蛍光体などが挙げられる。

30

【0054】

ここでの蛍光量子収率も、前記第4版実験化学講座7の分光I Iの362ページ(1992年版、丸善)に記載の方法により測定することが出来る。

【0055】

【実施例】

40

以下、実施例を挙げて本発明を詳細に説明するが、本発明の態様はこれに限定されない。

【0056】

実施例1

〈有機EL素子の作製〉

陽極として100mm×100mm×1.1mmのガラス基板上にITO(インジウムチンオキシド)を150nm成膜した基板(NHテクノグラス社製NA-45)にパターニングを行った後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥し、UVオゾン洗浄を5分間行なった。

【0057】

この透明支持基板を、市販の真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、一方、モリブデン製

50

(14)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

抵抗加熱ポートに、*m*-MTDATAを200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにDMPhenを200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにバツキュロイン(BCP)を200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートに比較化合物1を100mg入れ、さらに別のモリブデン製抵抗加熱ポートにAlq₃を200mg入れ、真空蒸着装置に取付けた。次いで、真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した後、*m*-MTDATAの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1 nm/secで透明支持基板に蒸着し、膜厚45 nmの正孔輸送層を設けた。さらに、DMPhenと比較化合物1の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、それぞれ蒸着速度0.1 nm/sec、0.01 nm/secで前記正孔輸送層上に共蒸着して膜厚20 nmの発光層を設けた。なお、蒸着時の基板温度は室温であった。さらに、BCPの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1 nm/secで前記発光層の上に蒸着して膜厚10 nmの正孔阻止の役割も兼ねた電子輸送層を設けた。その上に、さらに、Alq₃の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1 nm/secで前記電子輸送層の上に蒸着して更に膜厚40 nmの電子注入層を設けた。なお、蒸着時の基板温度は室温であった。

【0058】

次に、LiFを0.5 nm及びAlを110 nm蒸着して陰極を形成し、有機EL素子OLED1-1を作製した。

【0059】

上記において、発光層の比較化合物1を表1に示す化合物に置き換えた以外は全く同じ方法で、有機EL素子OLED1-2~1-8を作製した。

【0060】

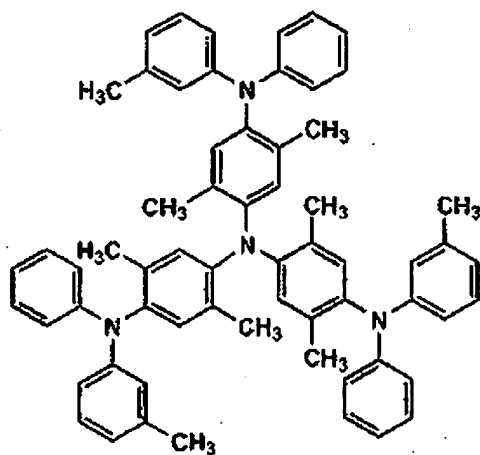
上記で使用した化合物の構造を以下に示す。

【0061】

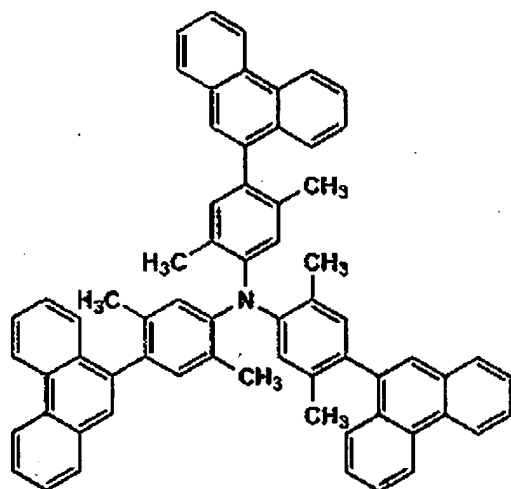
【化8】

(15)

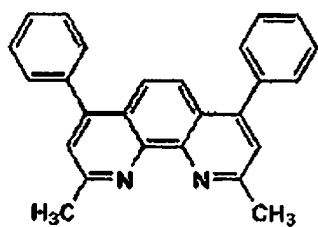
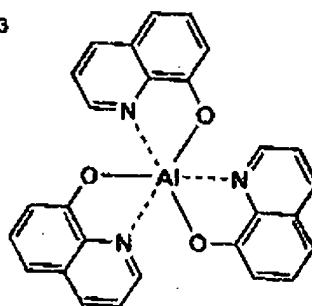
JP 2004-103463 A 2004.4.2

m-MTDATXA

10

DMPhen

20

BCP**Alq₃**

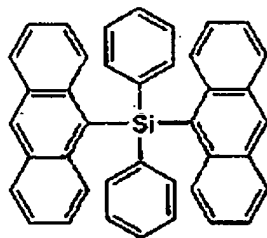
40

[0062]
[化9]

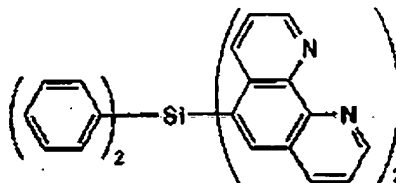
(16)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

比較化合物1

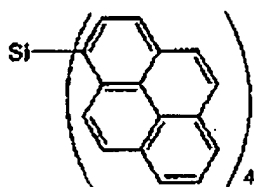


比較化合物2



10

比較化合物3



20

【0063】

〈有機EL素子の評価〉

以下のようにして得られた有機EL素子の評価を行い、結果を表1に示す。

【0064】

(発光輝度)

有機EL素子OLED1-1では、初期駆動電圧3Vで電流が流れ始め、青色の発光を示した。有機EL素子OLED1-1の温度23℃、乾燥窒素ガス雰囲気下で10V直流電圧を印加した時の発光輝度(cd/m^2)、発光効率(lm/W)を測定した。

30

【0065】

発光輝度、発光効率は有機エレクトロルミネッセンス素子OLED1-1を100とした時の相対値で表した。発光輝度については、CS-1000(ミノルタ製)を用いて測定した。

【0066】

(耐久性)

$10\text{mA}/\text{cm}^2$ の一定電流で駆動したときに初期輝度が元の半分に低下するのに要した時間である半減寿命時間を指標として表した。半減寿命時間は有機EL素子OLED1-1を100とした時の相対値で表した。

【0067】

【表1】

40

(17)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

有機EL素子	ドーパント化合物	発光輝度	半減寿命時間	備考
OLED1-1	比較化合物 1	100	100	比較例
OLED1-2	比較化合物 2	83	76	比較例
OLED1-3	比較化合物 3	120	124	比較例
OLED1-4	1	168	256	本発明
OLED1-5	3	147	190	本発明
OLED1-6	7	154	204	本発明
OLED1-7	13	166	301	本発明
OLED1-8	15	139	299	本発明

10

【0068】

表1から明らかなように、本発明の化合物をドーパントに用いた有機EL素子は、発光輝度が高く、発光寿命が長いことから、有機EL素子として非常に有用であることがわかった。

【0069】

20

実施例2

陽極としてガラス上にITOを150nm成膜した基板（NHテクノグラス社製：NA-45）にパターニングを行った後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をi-プロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥し、UVオゾン洗浄を5分間行った。この透明支持基板を、市販の真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、一方、モリブデン製抵抗加熱ポートに、m-MTDATAを200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにDPVBiを200mg入れ、また別のモリブデン製抵抗加熱ポートにBCP200mgを入れ真空蒸着装置に取付けた。

【0070】

次いで、真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した後、m-MTDATAの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1~0.3nm/secで透明支持基板に膜厚25nmで蒸着し、さらに、DPVBiの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1~0.3nm/secで膜厚20nmで蒸着し、発光層を設けた。蒸着時の基板温度は室温であった。

【0071】

ついで、BCPの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1~0.3nm/secで30nmの電子輸送層を設けた。

【0072】

次に、LiFを0.5nm及びAlを110nm蒸着して陰極を形成し、有機EL素子OLED2-1を作製した。

40

【0073】

上記で使用した化合物の構造を以下に示す。

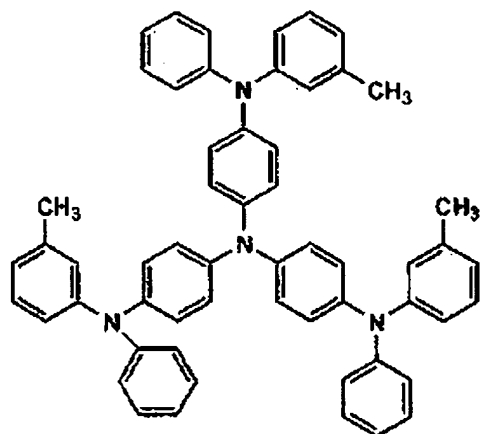
【0074】

【化10】

(18)

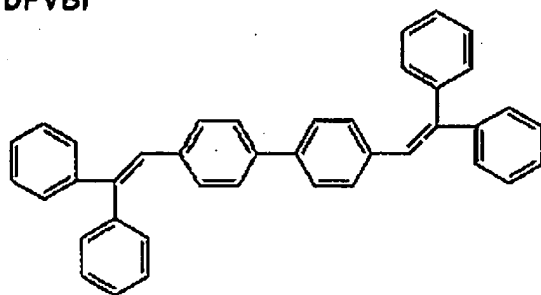
JP 2004-103463 A 2004.4.2

m-MTDATA



10

DPVBI



20

【0075】

上記有機EL素子OLED2-1のBCPを表2に記載の化合物に替えた以外は有機EL素子OLED2-1と同様にして、有機EL素子OLED2-2～2-5を作製した。

【0076】

得られた有機EL素子の発光輝度及び半減寿命時間の評価は実施例1と同様の方法を用い、発光輝度は有機EL素子OLED2-1の100とした時の相対値で表し、半減寿命時間は有機EL素子OLED2-1の半減寿命時間を100とした時の相対値で表した。結果を表2に示す。なお全ての素子において発光色は青色だった。

【0077】

【表2】

	電子輸送層	発光輝度	半減寿命時間	備考
OLED2-1	BCP	100	100	比較
OLED2-2	2	147	290	本発明
OLED2-3	6	151	267	本発明
OLED2-4	9	155	344	本発明
OLED2-5	14	162	306	本発明

40

【0078】

50

(19)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

表2より、本発明の化合物を用いた有機EL素子は、点灯開始時の発光輝度及び輝度の半減する時間が改善されているのが分かる。特に、輝度の半減する時間が改善されているのが分かる。

【0079】

実施例3

〈有機EL素子の作製〉

陽極として100mm×100mm×1.1mmのガラス基板上にITO（インジウムチンオキシド）を150nm成膜した基板（NHテクノグラス社製NA-45）にパターンニングを行った後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥し、UVオゾン洗浄を5分間行なった。

10

【0080】

この透明支持基板を、市販の真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、一方、モリブデン製抵抗加熱ポートに、 α -NPDを200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにCBPを200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにバソキュプロイン（BCP）を200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにIr-12（燐光性化合物）を100mg入れ、さらに別のモリブデン製抵抗加熱ポートにAlq₃を200mg入れ、真空蒸着装置に取付けた。次いで、真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した後、 α -NPDの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1nm/secで透明支持基板に蒸着し、膜厚45nmの正孔輸送層を設けた。さらに、CBPとIr-12の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、それぞれ蒸着速度0.1nm/sec、0.01nm/secで前記正孔輸送層上に共蒸着して膜厚20nmの発光層を設けた。なお、蒸着時の基板温度は室温であった。さらに、BCPの入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1nm/secで前記発光層の上に蒸着して膜厚10nmの正孔阻止の役割も兼ねた電子輸送層を設けた。その上に、さらに、Alq₃の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度0.1nm/secで前記電子輸送層の上に蒸着して更に膜厚40nmの電子注入層を設けた。なお、蒸着時の基板温度は室温であった。

20

【0081】

次に、LiFを0.5nm及びAlを110nm蒸着して陰極を形成し、有機EL素子OLED3-1を作製した。

【0082】

上記において、発光層のCBPを表3に示す化合物に置き換えた以外は全く同じ方法で、有機EL素子OLED3-2～3-5を作製した。

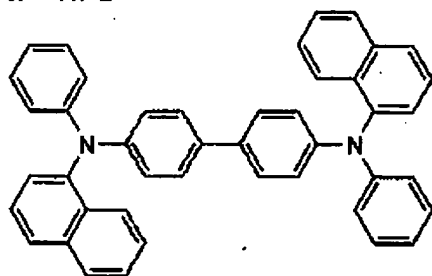
30

【0083】

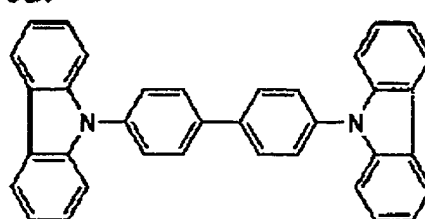
上記で使用した化合物の構造を以下に示す。

【0084】

【化11】

 α -NPD

CBP



40

【0085】

得られた有機EL素子の発光輝度及び半減寿命時間の評価は、実施例1と同様の方法を用

50

(20)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

い、発光輝度は有機EL素子OLED3-1を100とした時の相対値で表し、半減寿命時間は有機EL素子OLED3-1の半減寿命時間を100とした時の相対値で表した。結果を表3に示す。なお全ての素子において発光色は青色だった。

【0086】

【表3】

有機EL素子	ホスト化合物	発光輝度	半減寿命時間	備考
OLED3-1	CBP	100	100	比較例
OLED3-2	3	141	256	本発明
OLED3-3	4	155	201	本発明
OLED3-4	9	149	231	本発明
OLED3-5	11	158	264	本発明

10

【0087】

表3から明らかなように、本発明の化合物をホストに用いた有機EL素子は、発光輝度が高く、半減寿命時間が長いことから、有機EL素子として非常に有用であることがわかった。

【0088】

燐光化合物をIr-1またはIr-9に変更した以外は、有機EL素子OLED3-1～3-5と同様にして作製した有機EL素子においても同様の効果が得られた。なお、Ir-1を用いた素子からは緑色の発光が、Ir-9を用いた素子からは赤色の発光が得られた。

【0089】

実施例4

上記実施例3で作製した有機EL素子OLED3-1の電子輸送層BCPを表4に示す化合物に置き換えた以外は全く同じ方法で、有機EL素子OLED4-1～4-5を作製した。

【0090】

得られた有機EL素子の発光輝度及び半減寿命時間の評価は実施例1と同様の方法を用い、発光輝度は有機EL素子OLED4-1を100とした時の相対値で表し、半減寿命時間は有機EL素子OLED4-1の半減寿命時間を100とした時の相対値で表した。結果を表4に示す。なお全ての素子において発光色は青色だった。

【0091】

【表4】

有機EL素子	電子輸送材料	発光輝度	半減寿命時間	備考
OLED4-1	BCP	100	100	比較
OLED4-2	1	152	292	本発明
OLED4-3	2	155	267	本発明
OLED4-4	9	161	341	本発明
OLED4-5	14	166	313	本発明

40

50

【0092】

表4から明らかなように、本発明の化合物を電子輸送層（正孔阻止層）に用いた有機EL素子は、発光輝度が高く、半減寿命時間が長いことから、有機EL素子として非常に有用であることがわかった。

【0093】

発光化合物をIr-1またはIr-9に変更した以外は、有機EL素子OLED4-1～4-5と同様にして作製した有機EL素子においても、同様の効果が得られた。なお、Ir-1を用いた素子からは緑色の発光が、Ir-9を用いた素子からは赤色の発光が得られた。

【0094】

19

実施例5

実施例3で作製したそれぞれ赤色、緑色、青色発光有機エレクトロルミネッセンス素子を同一基板上に並置し、図1に示すアクティブマトリクス方式フルカラー表示装置を作製した。

【0095】

図1には、作製したフルカラー表示装置の表示部の模式図のみを示した。即ち同一基板上に、複数の走査線5及びデータ線6を含む配線部と、並置した複数の画素3（発光の色が赤領域の画素、緑領域の画素、青領域の画素等）とを有し、配線部の走査線5及び複数のデータ線6は、それぞれ導電材料からなり、走査線5とデータ線6は格子状に直交して、直交する位置で画素3に接続している。前記複数画素3は、それぞれの発光色に対応した有機EL素子、アクティブ素子であるスイッチングトランジスタと駆動トランジスタそれぞれが設けられたアクティブマトリクス方式で駆動されており、走査線5から走査信号が印加されると、データ線6から画像データ信号を受け取り、受け取った画像データに応じて発光する。この様に各赤、緑、青の画素を適宜、並置することによって、フルカラー表示が可能となる。図2は、1画素当たりの回路図である。

【0096】

該フルカラー表示装置を駆動することにより、輝度の高い鮮明なフルカラー動画表示が得られた。

【0097】

【発明の効果】

30

本発明の化合物を含有させた有機EL素子は、発光輝度が高く、半減寿命時間が長いことにより、有機EL素子として非常に優れていることがわかった。また、青色、緑色、赤色の画素を併置することで、アクティブマトリクス方式フルカラー表示装置として、輝度の高い鮮明な画像が得られることがわかった。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の有機EL素子から構成される表示装置の一例を示した模式図である。

【図2】 本発明の有機EL素子の1画素当たりの回路の一例を示した回路図である。

【符号の説明】

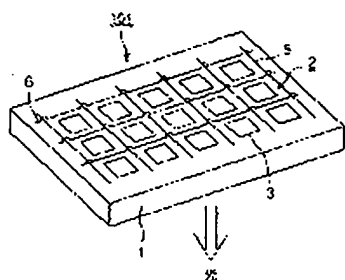
- 1 ガラス基板
- 2 配線部
- 3 画素
- 5 走査線
- 6 データ線
- 7 電源ライン
- 10 有機エレクトロルミネッセンス素子
- 11 スwitchングトランジスタ
- 12 駆動トランジスタ
- 13 コンデンサ
- 101 表示部

40

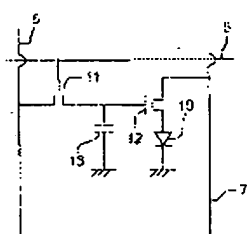
(22)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

【図 1】



【図 2】



(23)

JP 2004-103463 A 2004.4.2

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

ターマコード (参考)

C 0 7 F	7/08	C
C 0 7 F	7/08	W
C 0 7 F	7/10	S

(72)発明者 北村 彰英

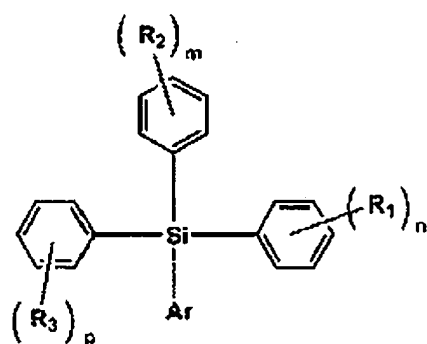
千葉県千葉市緑区あずみが丘5丁目6番14号

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04 AB11 BA06 DB03

4H049 VN01 VP01 VP02 VU25

【要約の続き】

一般式(1)



【選択図】

なし